

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PROCESS FOR PRODUCING FAT

### Technical Field

5 The present invention relates to a process for producing a fat. In particular, it relates to a fat for frying wherein a heating odor and a thermal degradation order are improved as well as a fat for panfrying wherein lecithin odor is improved.

10

### Background Art

When a fat for frying is used for a long period of time, it is thermally decomposed to generate oxidized degradation products due to contact with oxygen at a high 15 temperature which in turn emits a deterioration odor. In particular, liquid oils such as soybean oil and rapeseed oil contain much polyunsaturated acids as constituent fatty acids and thus are readily thermally oxidized. Fried products which produced by using a thermally oxidized fat 20 for frying severely generate a deterioration odor caused by the odor of the fat. JP 4-66052 A discloses an attempt to improve the odor of a fat by means of interesterification; however, this does not reduce an heating odor and substantially simply decreases peculiar odors of palm oil 25 and hydrogenated fats. Furthermore, JP 7-135972 A

discloses decomposition of lipid peroxides to delay thermal deterioration, thereby trying to improve taste of fats. However, there is no description about a heating odor generated by heating and about the improvement of the 5 environment of a kitchen. Thus, the prior art is not sufficient to effectively reduce a heating odor. Thus, an effective means is not available on the improvement of degradation of fried products. Then, an oil for frying that emits a degradation odor must be only replaced by a 10 new oil even though its acid value is low.

It is generally recognized that ascorbic acid is excellent in resistance to oxidation as a synergist. Regarding ascorbic acid, "New Food Industry," Vol. 27, No. 11 (1985) p.68 describes as follows. That is, "Ascorbic 15 acid, as described above, is not suitable for preventing the oxidation of frying oils such as liquid vegetable oils taking into account the facts that it has a poor oil solubility, it is liable to undergo thermal decomposition, and its chelate effect on metals is hardly expected. In 20 addition, it should be noted that ascorbic acid acts as an oxidation accelerating agent in some cases."

As described above, it has been recognized that it is difficult to incorporate ascorbic acid into a fat. As a result, ascorbic acid has been improved to be oil-soluble 25 by converting it into ascorbyl palmitate, which has been

used as an anti-oxidizing agent for fats. Then, ascorbic acid itself has never been used as an anti-oxidizing agent for a frying oil.

Furthermore, while a fat for panfrying is used for 5 improving a flavor and mouthfeel as well as preventing scorching during panfrying of foods, salad oil itself does not have sufficient release property and only a lecithin is specifically effective. However, a lecithin has a specific flavor and adversely affects on the taste of a product due 10 to strong taste generated during heating, and therefore the amount of a lecithin to be use is limited. In order to improve this, although it is proposed to subject a lecithin to enzyme treatment, high-purification, fractionation or the like, any of them greatly increases the cost in 15 comparison with a crude lecithin.

#### Disclosure of the Invention

The objects of the present invention are to facilitate incorporation of a slightly fat soluble organic acid such 20 as ascorbic acid into in a fat and to improve the odor generated by heating of a fat for frying, and to provide a fat for frying in which the deterioration odor by heating of fried products is improved as well as a fat for panfrying wherein the lecithin odor is improved.

25 The present inventors have studied intensively in

order to solve the above problems. As a result, the present inventors have succeeded in incorporation of at least one organic acid selected from ascorbic acid, erysorbic acid and malic acid in a fat by adding the 5 organic acid in the form of an aqueous solution to a fat and then subjecting the mixture to dehydration treatment at a high temperature and a highly reduced pressure. Ascorbic acid is easily thermally decomposed and thus easily oxidized and thermally decomposed in water. However, it 10 has been found that ascorbic acid can unexpectedly be stable in a fat, i.e., a non-aqueous system. That is, ascorbic acid has been proved to be usable as an anti-oxidizing agent for fats specifically for cooking oil. Conventional anti-oxidizing agents simply suppress the 15 increase of an acid value and an peroxide value and no effective ant-oxidizing agents is present for suppressing degradation odors by heating of fats. The present inventors have found that a fat containing at least one organic acid selected from ascorbic acid, erysorbic acid 20 and malic acid therein can specifically suppress a degradation odor by heating of a fat. In addition, it has been found that, when ascorbic acid is added to a fat and further crude lecithin is added thereto, the peculiar taste of the crude lecithin is hardly recognized. Thus, the 25 present invention has been completed.

That is, the present invention is a process for producing a fat characterized in that at least one organic acid selected from ascorbic acid, erysorbic acid and malic acid in the form of an aqueous solution is added to a fat and then the resulting mixture is treated by dehydration at 5 50 to 180°C under a reduced pressure of 0.5 to 100 Torr; and a fat for frying obtained by the process; as well as a process for producing a fat wherein a lecithin is further added to the fat; and a fat for panfrying obtained by the 10 process.

#### Best Mode for Carrying Out the Invention

The organic acids used in the present invention is preferably ascorbic acid, erysorbic acid and malic acid. 15 These organic acids may be those generally used in foods and pharmaceuticals and may be used alone or in combination with two or more thereof. Preferably, the organic acids are added to a fat so that they are contained in the fat in an amount of 2 to 28 ppm. When the amount of organic acids 20 is below 2 ppm, the desired effect is hardly expected and, when the amount of the organic acids to be added exceeds 28 ppm, crystals of the organic acids are precipitated, and thus it is difficult to incorporate the organic acids into the fat.

25 Examples of the fat used in the present invention

include vegetable oils such as soybean oil, rapeseed oil, corn oil, cotton seed oil, peanut oil, sunflower oil, rice oil, saffron oil, safflower oil, olive oil, sesame oil, palm oil, coconut oil, palm kernel oil, etc.; animal fats such as beef tallow, lard, etc.; and processed fats obtained by subjecting these fats to fractionation, hydrogenation, interesterification, etc. These may be used alone or in combination thereof. In particular, soybean oil or rapeseed oil is greatly effective in suppressing the degradation odor.

The process for producing a fat comprising the organic acid(s) of the present invention can be carried out, for example, by, in case of obtaining a fat containing ascorbic acid, adding a given amount of an aqueous 1% ascorbic acid solution to a fat heated to 70°C and treating the mixture for 15 minutes to 1 hour while stirring under conditions at 15 50 to 180°C under reduced pressure of 0.5 to 100 Torr to thoroughly dehydrate the mixture to obtain a fat comprising ascorbic acid. The concentration of ascorbic acid is from 20 0.1 to 22%, preferably 1 to 10%. When the concentration is less than the lower limit, inferior efficiency is resulted due to a large amount of water relative to a fat. When the concentration exceeds the upper limit, crystals of ascorbic acid are precipitated, which results in difficulty of 25 incorporation into the fat. The process can be carried out

at a temperature of 50 to 180°C. When the temperature is below the lower limit, inferior efficiency is resulted because dehydration requires long time. In addition, when the temperature exceeds the upper limit, ascorbic acid is 5 decomposed, which results in poor effect. The reduced pressure condition is from 0.5 to 100 Torr and preferably as low as possible.

Improvement in reduction of an odor by heating of a fat comprising at least one organic acid selected from 10 ascorbic acid, erysorbic acid and malic acid is enhanced by combination with another anti-oxidizing agent such as extracted tocopherol, palmitate ascorbate, or catechin. This anti-oxidizing agent can be easily incorporated into a fat by simply adding to the fat. That is, preferably, a 15 fat contains 2 to 28 ppm of the organic acid(s) and 10 to 2000 ppm of one or more materials selected from extracted tocopherol, palmitate ascorbate, and catechin.

The fat obtained by the process of the present invention is suitably used for a frying fat which contact 20 frequently with oxygen at a high temperature. It is presumed that the reason why the organic acid(s) in a trace amount of 2 to 28 ppm can improve an odor by heating of a fat for frying and a degradation odor by heating of a fried product would be that the organic acid(s) are dissolved and 25 dispersed uniformly in the fat and thus enhances the

efficiency of the anti-oxidizing effect.

In addition, a fat in which crude lecithin is further added to the fat described above, particularly the fat prepared by adding ascorbic acid to a fat provides such an effect that the peculiar odor of crude lecithin is hardly recognized, and therefore has excellent oxidation stability due to the addition of the organic acid(s) and also are suitable for use as a fat for panfrying that is free from scorching and has excellent release properties.

10        The lecithin may include that treated with an enzyme, treated by hydrogenation or treated by fractionation, and in particular the use of crude lecithin is advantageous in cost efficiency. A suitable amount of the lecithin to be added is 0.05 to 5% by weight, preferably 0.2 to 3% by weight in terms of phosphoric lipid based on the amount of fat. According to the present invention, another emulsifying agent in addition to the lecithin can be used in combination.

20        Examples

The following Examples further illustrate the present invention in more detail, but are not to be construed to limit the spirit of the present invention. In the following Examples, %'s and parts are by weight.

25        The ascorbic acid determination method, the fry test

method and the taste evaluating method were carried out in the following manners.

(Ascorbic acid determination method)

A fat is placed in a test tube which can be sealed,  
5 and an aqueous 5% metaphosphoric acid solution whose amount is equal to the fat, and hexane whose amount is twice as much as the amount of the fat are added thereto, and then the mixture is agitated by shaking. After allowing to stand, absorbancy of the aqueous phase portion is  
10 determined at 246 nm. Separately, absorbancy of a known amount of an aqueous ascorbic acid solution is determined at 246 nm to prepare a calibration curve for using the determination of samples of unknown concentrations.

(Fry test method)

15 In a frying pan is placed 2 kg of a fat for frying. The oil temperature is kept at  $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . A frozen croquette is put in the oil every 20 minutes and fried for 4 minutes. This operation is repeated continuously for 18 hours and the taste of croquettes after 18 hours is  
20 evaluated.

(Taste evaluating method)

Each sample is subjected to evaluations of taste panelists according to the following criteria.

5 points: deterioration odor is not recognized at all.

25 4 points: deterioration odor is suppressed and good.

3 points: deterioration odor is suppressed, but is recognized slightly.

2 points: deterioration odor is strong.

1 point: deterioration odor is very strong.

5 The scores for each sample are totaled and are divided by the number of panelists (n) to calculate the average.

The average score is used for overall evaluation according to the following criteria.

◎:  $4 < \text{average score} \leq 5$ ,

10 O:  $3 < \text{average score} \leq 4$ ,

Δ:  $2 < \text{average score} \leq 3$ ,

X:  $\text{average score} \leq 2$

The anti-oxidizing agents below were used in the following Examples and Comparative Examples.

15 Ascorbic acid (manufactured by Wako Pure Chemicals Industries, Ltd., trade name: L-ascorbic acid, purity: 99.5%)

20 Erysorbic acid (manufactured by Wako Pure Chemicals Industries, Ltd., trade name: Erysorbic acid, purity: 97.0%)

Malic acid (manufactured by Wako Pure Chemicals Industries, Ltd., trade name: Malic acid, purity: 97.0%)

Extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co. Ltd., trade name: E Oil 805D, extracted tocopherol 70%, vegetable fat 30%)

Ascorbyl Palmitate (manufactured by Riken Vitamin Co. Ltd., trade name: EC-100, ascorbyl palmitate 10%, extracted tocopherol 10%, glyceryl fatty ester 51%, food material 29%)

5 Catechin (manufactured by Taiyo Kagaku Co., Ltd., trade name: Sunkatol, catechin 10%, extracted tocopherol 9%, glyceryl fatty ester 64%, food material 17%)

) Crude lecithin (manufactured by Turu Lecithin MFG Co., Ltd., lecithin SLP paste (phosphoric lipid 60% to 65%))

10 High purity lecithin (manufactured by Turu Lecithin MFG Co., Ltd., lecithin SLP white (phosphoric lipid 95% or more))

Example 1

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.2 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu$ m) to obtain a fat containing ascorbic acid.

15 According to the ascorbic acid determination method, the ascorbic acid concentration was 10.4 ppm. This fat was subjected to the fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 4.2 and the taste being good.

20 25 Example 2

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.03 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes 5 under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu\text{m}$ ) to obtain a fat containing ascorbic acid.

According to the ascorbic acid determination method, the ascorbic acid concentration was 2.9 ppm. This fat was 10 subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.1 and the taste being good.

#### Example 3

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C 15 was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr with stirring. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper 20 (corresponding to 1  $\mu\text{m}$ ) to obtain a fat containing ascorbic acid. According to the ascorbic acid determination method, the ascorbic acid concentration was 7.6 ppm. This fat was subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score 25 being 3.4 and the taste being good.

## Example 4

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.25 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to 5 dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu\text{m}$ ) to obtain a fat containing ascorbic acid.

According to the ascorbic acid determination method, the 10 ascorbic acid concentration was 14.5 ppm. This fat was subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 4.3 and the taste being good.

The taste evaluations of the fats for frying of 15 Examples 1 to 4 are summarized in Table 1.

Table 1

	Example 1	Example 2	Example 3	Example 4
Soybean oil	100 parts	100 parts	100 parts	100 parts
Ascorbic acid	10.4 ppm	2.9 ppm	7.6 ppm	14.5 ppm
Evaluation average score	4.2	3.1	3.4	4.3
Overall evaluation	◎	○	○	◎

## Comparative Example 1

Fry testing similar to that of Example 1 was carried 20 out on 100 parts by weight of soybean oil only without

addition of any other materials. The croquettes of the fried products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 1.2 and degradation odor for taste being very strong.

5 Comparative Example 2

To 100 parts by weight of soybean oil was added 0.1 part by weight of extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing extracted tocopherol. The fat was 10 subjected to fry test. The croquettes of the fried products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 1.3 and degradation odor for taste being very strong.

Comparative Example 3

15 To 100 parts by weight of soybean oil was added 0.1 part by weight of ascorbyl palmitate/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: EC-100) to prepare a fat containing ascorbyl palmitate/extracted tocopherol. The fat was subjected to 20 fry test. The croquettes of the fried products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 1.3 and degradation odor for taste being very strong.

Comparative Example 4

To 100 parts by weight of soybean oil was added 0.1 25 part by weight of catechin/extracted tocopherol

(manufactured by Taiyo Kagaku Co., Ltd., trade name: Sunkatol) to prepare a fat containing catechin/extracted tocopherol. The fat was subjected to fry test. The croquettes of the fried products were evaluated for taste, 5 with the evaluation average score being 1.5 and degradation odor for taste being very strong.

The taste evaluations of the fats for frying of Comparative Examples 1 to 4 are summarized in Table 2.

Table 2

	Comparative Example 1	Comparative Example 2	Comparative Example 3	Comparative Example 4
Soybean oil	100 parts	100 parts	100 parts	100 parts
Extracted tocopherol	-	700 ppm	100 ppm	90 ppm
Ascorbyl palmitate	-	-	100 ppm	-
Catechin	-	-	-	100 ppm
Evaluation average score	1.2	1.3	1.3	1.5
Overall evaluation	x	x	x	x

10

## Example 5

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to 15 dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu\text{m}$ ) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this fat was further added 0.015 part by weight of ascorbic

acid/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing ascorbic acid/extracted tocopherol. This fat was subjected to fry test. The fried croquette products 5 were evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.6 and the taste being good.

Example 6

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid 10 solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu$ m) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this 15 fat was further added 0.15 part by weight of ascorbic acid/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing ascorbic acid/extracted tocopherol. This fat was subjected to fry test. The fried croquette products 20 were evaluated for taste, with the evaluation average score being 4.7 and the taste being good.

Example 7

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid 25 solution and the resulting mixture was subjected to

dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu$ m) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this 5 fat was further added 0.015 part by weight of ascorbic acid/ascorbyl palmitate/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: EC-100) to prepare a fat containing ascorbic acid/ascorbyl palmitate/extracted tocopherol. This fat was subjected to fry test. The fried 10 croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.7 and the taste being good.

Example 8

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid 15 aqueous solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu$ m) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this 20 fat was further added 0.15 part by weight of ascorbic acid/ascorbyl palmitate/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: EC-100) to prepare a fat containing ascorbic acid/ascorbyl palmitate/extracted tocopherol. This fat was subjected to fry test. The fried 25 croquette products were evaluated for taste, with the

evaluation average score being 4.4 and the taste being good.

Example 9

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid 5 solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu\text{m}$ ) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this 10 fat was further added 0.015 part by weight of ascorbic acid/catechin/extracted tocopherol (manufactured by Taiyo Kagaku Co., Ltd., trade name: Sunkatol) to prepare a fat containing ascorbic acid/catechin/extracted tocopherol. This fat was subjected to fry test. The fried croquette 15 products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.8 and the taste being good.

Example 10

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid 20 solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1  $\mu\text{m}$ ) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this 25 fat was further added 0.15 part by weight of ascorbic

acid/catechin/extracted tocopherol (manufactured by Taiyo Kagaku Co., Ltd., trade name: Sunkatol) to prepare a fat containing ascorbic acid/catechin/extracted tocopherol.

5 This fat was subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 4.2 and the taste being good.

The taste evaluations of the fats for frying in Examples 5 to 10 are summarized in Table 3.

Table 3

	Example 5	Example 6	Example 7
Soybean oil	100 parts	100 parts	100 parts
Ascorbic acid	7.4 ppm	7.3 ppm	7.7 ppm
Extracted tocopherol	105 ppm	1050 ppm	15 ppm
Ascorbyl palmitate	-	-	15 ppm
Catechin	-	-	-
Evaluation average	3.6	4.7	3.7
Overall evaluation	0	◎	0

10

	Example 8	Example 9	Example 10
Soybean oil	100 parts	100 parts	100 parts
Ascorbic acid	7.4 ppm	7.5 ppm	7.6 ppm
Extracted tocopherol	150 ppm	14 ppm	135 ppm
Ascorbyl palmitate	150 ppm	-	-
Catechin	-	15 ppm	150 ppm
Evaluation average	4.4	3.8	4.2
Overall evaluation	◎	0	◎

#### Example 11

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C was added 0.2 part by weight of an aqueous 1% erysorbic

acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding 5 to 1 µm) to obtain a fat containing erysorbic acid. To this fat was further added 0.1 part by weight of erysorbic acid/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing erysorbic acid/extracted tocopherol. This fat 10 was subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.1 and the taste being good.

Example 12

To 100 parts by weight of soybean oil heated to 70°C 15 was added 0.2 part by weight of an aqueous 1% malic acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding 20 to 1 µm) to obtain a fat containing malic acid. To this fat was further added 0.1 part by weight of malic acid/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing malic acid/extracted tocopherol. This fat was 25 subjected to fry test. The fried croquette products were

evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.2 and the taste being good.

Example 13

To 100 parts by weight of rapeseed oil heated to 70°C 5 was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was 10 filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1 µm) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this fat was further added 0.015 part by weight of ascorbic acid/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing ascorbic acid/extracted tocopherol. This fat 15 was subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 3.4 and the taste being good.

Example 14

To 100 parts by weight of rapeseed oil heated to 70°C 20 was added 0.1 part by weight of an aqueous 1% ascorbic acid solution and the resulting mixture was subjected to dehydration treatment with stirring at 70°C for 20 minutes under a reduced pressure of 40 Torr. Then, the mixture was 25 filtered through a TOYO No.5 C filter paper (corresponding to 1 µm) to obtain a fat containing ascorbic acid. To this

fat was further added 0.15 part by weight of ascorbic acid/extracted tocopherol (manufactured by Riken Vitamin Co., Ltd., trade name: E Oil 805D) to prepare a fat containing ascorbic acid/extracted tocopherol. This fat 5 was subjected to fry test. The fried croquette products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 4.7 and the taste being good.

Comparative Example 5

Frying test similar to that of Example 1 was carried 10 out on 100 parts by weight of rapeseed oil only without addition of any other materials. The croquettes of the fried products were evaluated for taste, with the evaluation average score being 1.2 and degradation odor for taste being very strong.

15 The taste evaluations of the fats for frying in Examples 11 to 14 are summarized in Table 4.

Table 4

	Example 11	Example 12	Example 13
Soybean oil	100 parts	100 parts	-
Rapeseed oil	-	-	100 parts
Ascorbic acid	-	-	7.7 ppm
Erysorbic acid	10.4 ppm	-	-
Malic acid	-	13.3 ppm	-
Extracted tocopherol	700 ppm	700 ppm	105 ppm
Evaluation average	3.2	3.3	3.4
Overall evaluation	O	O◎	O

	Example 14	Comparative Example 5
Soybean oil	-	100 parts
Rapeseed oil	100 parts	100 parts
Ascorbic acid	7.6 ppm	-
Erysorbic acid	-	-
Malic acid	-	-
Extracted tocopherol	1050 ppm	-
Evaluation average score	4.7	1.2
Overall evaluation	◎	×

Fat for panfrying (Examples 15 to 17, Comparative  
Examples 6 to 9)

5. In an iron fry pan, 5 g of a testing fat was placed and heated using an electromagnetic heating device. Into the pan, 40 g of beaten egg was poured to make thin fried egg. This was repeated and how many pieces of thin fried egg can be continuously made without scorching was compared.

10. At the same time, the taste evaluation during fat heating was conducted.

15. The contents of testing fats are shown in Table 5 and fats containing ascorbic acid were obtained by the methods described in Examples 1 and 2. The presence and absence of ascorbic acid and lecithin were studied.

Taste evaluation: ◎: with no lecithin odor, O: with almost no lecithin odor, Δ: with lecithin odor, ×: with strong lecithin odor

The results of Examples 15 to 17 and Comparative Examples 6 to 9 are summarized in Table 5.

Table 5

	Example 15	Example 16	Example 17
Crude lecithin	1 part	3 parts	3 parts
High purity lecithin	0	0	0
A acid	10.4 ppm	10.4 ppm	2.9 ppm
Lecithin odor	◎	◎	0
Number of pieces of fried egg	28	61	58

5

	Comparative Example 6	Comparative Example 7	Comparative Example 8	Comparative Example 9
Crude lecithin	0	1 part	0	3 parts
High purity lecithin	0	0	1 part	0
A acid	0	0	0	0
Lecithin odor	◎	×	Δ	×
Number of pieces of fried egg	18	24	27	57

A acid: ascorbic acid

As a result, when the amount of lecithin to be added is increased, the release effect is improved, but a lecithin odor tends to become strong and thus the taste tends to be deteriorated (Comparative Examples 6 to 9). On the other hand, for the fried egg having ascorbic acid added thereto, the taste is not deteriorated even though lecithin is added (Examples 15 to 17).

• Fat for panfrying (Examples 18 to 20, Comparative Examples 10 to 13)

Panfrying test was carried out using fats similar to those used in Examples 15 to 17 and Comparative Examples 6 to 9.

In an iron fry pan, 7.5 g of a testing fat was placed and heated using an electromagnetic heating device and then to this was added 250 g of cooked rice and fried for 3 minutes.

10 Evaluation of loosening of rice mass: ◎: excellent, O: good, Δ: slightly poor, ×: poor

The results of Examples 18 to 20 and Comparative Examples 10 to 13 are summarized in Table 6.

Table 6

	Example 18	Example 19	Example 20
Crude lecithin	1 part	3 parts	3 parts
High purity lecithin	0	0	0
A acid	10.4 ppm	10.4 ppm	2.9 ppm
Lecithin odor	◎	◎	O
Rice mass loosening	Δ	◎	◎
Mouthfeel	Slightly sticky	Good with crispiness	Good with crispiness

	Comparative Example 10	Comparative Example 11	Comparative Example 12	Comparative Example 13
Crude lecithin	0	1 part	0	3 parts
High purity lecithin	0	0	1 part	0
A acid	0	0	0	0
Lecithin odor	◎	×	Δ	×
Rice mass loosening	×	Δ	○	◎
Mouthfeel	Sticky	Slightly sticky	Slightly sticky	Good with crispiness

As a result, for each Comparative Example, the taste is poor or the eating feel for fried rice is poor, while 5 with each Example both taste and mouthfeel are good.

#### Industrial Applicability

According to the present invention, it is possible to provide, by improving the odor generated by heating a fat for frying, a fat for frying in which the deterioration odor of a fried product is improved, as well as a fat for panfrying which is free from scorching and has excellent release properties and a pleasant flavor. 10

## CLAIMS

1. A process for producing a fat characterized in that at least one organic acid selected from ascorbic acid, 5 erysorbic acid and malic acid in the form of an aqueous solution is added to a fat and then the resulting mixture is treated by dehydration at 50 to 180°C under a reduced pressure of 0.5 to 100 Torr.

2. The process according to claim 1, wherein the 10 organic acid is added so that the acid is contained in an amount of 2 to 28 ppm in the fat.

3. The process according to claim 1 or 2, wherein 15 one or two or more materials selected from extracted tocopherol, palmitate ascorbate and catechin are further added so that the materials are contained in an amount of 10 to 2,000 ppm in the fat.

4. The process according to any one of claims 1 to 3, wherein a lecithin is further added.

5. The process according to claim 4, wherein 20 ascorbic acid and lecithin are used in combination.

6. A fat for frying obtained by the process according to any one of claims 1 to 3.

7. A fat for panfrying obtained by the process according to claim 4 or 5.

## ABSTRACT

A process in which an organic acid slightly soluble in fats, such as ascorbic acid, is easily incorporated into a  
5 fat; a fat for frying which is reduced in odor emission upon heating and in the odor of fried foods caused by thermal deterioration; and a fat for panfrying which is free from scorching and has excellent release properties and a satisfactory flavor. An organic acid in an aqueous  
10 solution form is added to a fat and this mixture is dehydrated at 50 to 180°C and a reduced pressure of 0.5 to 100 Torr. A lecithin is further added thereto. Thus, a fat for panfrying is obtained which is free from the lecithin odor.

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2001年12月20日 (20.12.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/96506 A1

(51) 国際特許分類: C11B 3/00, 5/00, A23D 9/00, 9/02 (72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 田村純一  
(TAMURA, Junichi) [JP/JP]. 名郷 敦 (NAGO, Atsushi) [JP/JP]. 駒井秀紀 (KOMAI, Hideki) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府泉佐野市住吉町1番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/04880 (22) 国際出願日: 2001年6月8日 (08.06.2001)

(25) 国際出願の言語: 日本語 (26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願2000-174647 2000年6月12日 (12.06.2000) JP  
特願2001-15432 2001年1月24日 (24.01.2001) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 不二製油株式会社 (FUJI OIL COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒542-0086 大阪府大阪市中央区西心斎橋2丁目1番5号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 田村純一  
(TAMURA, Junichi) [JP/JP]. 名郷 敦 (NAGO, Atsushi) [JP/JP]. 駒井秀紀 (KOMAI, Hideki) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府泉佐野市住吉町1番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, IN, JP, SG, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:  
— 國際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイドンスノート」を参照。

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING FAT

(54) 発明の名称: 油脂の製造法

(57) Abstract: A process in which an organic acid sparingly soluble in fats, such as ascorbic acid, is easily incorporated into a fat; a fat for deep frying which is reduced in odor emission upon heating and in the odor of fried foods caused by thermal deterioration; and a fat for stir-frying which is free from scorching and has excellent release properties and a satisfactory flavor. An organic acid in an aqueous solution form is added to a fat and this mixture is dehydrated at 50 to 180°C and a reduced pressure of 0.5 to 100 Torr. A lecithin is further added thereto. Thus, a fat for stir-frying is obtained which is free from the lecithin odor.

(57) 要約:

本発明の目的は、アスコルビン酸のように油脂難溶性の有機酸を簡易に油脂に含有させること及びフライ用油脂の加熱臭を改善し、フライ品の加熱劣化臭を改善したフライ用油脂、並びに並びに焦げつきがなく離型性に優れた風味の良好な炒め用油脂を提供することにある。

有機酸を水溶液の状態で油脂中に添加し、50～180°C、0.5～100 Torrの減圧条件下で、脱水処理すること、及びさらにレシチンを添加することによりレシチン臭のない炒め用油脂を得る。

WO 01/96506 A1

## 明細書

## 油脂の製造法

## 5 技術分野

本発明は、油脂の製造法に関し、特に加熱臭や加熱劣化臭の改善されたフライ用油脂及びレシチン臭の改善された炒め用油脂に関する。

## 10 背景技術

フライ用油脂を長期間使用していると、高温下で酸素との接触により熱酸化分解物が発生し劣化臭が発現する。特に大豆油や菜種油といった液体油は構成脂肪酸として、多価不飽和酸を多く含有しているので熱酸化されやすい。

15 热酸化されたフライ用油脂を使用したフライ品は油脂の風味が原因で劣化臭が激しい。特開平4-66052号公報ではエステル交換により油脂の風味の改善を試みているが、加熱臭を改善するものではなく、また実質的にパーム油や水添脂の独特の風味を少なくしようとしたものである。さらに特開平7-135972号公報では過酸化脂質を分解することにより、加熱劣化を遅くし、油脂の嗜好性の改善を図っているが、加熱により生成する加熱臭には言及がなく、調理場の雰囲気の改善についても記載がない。このように従来の技術では加熱臭の低減に効果が十分と言えるものがなかった。この様にフライ品の劣化臭改善に関しては有効な手段がなく、劣化臭が

発現したフライ油は酸価が低くても新油と交換するしかなかった。

アスコルビン酸がシナージストとして抗酸化性に優れたものであるということは、一般に認識されている。しかしながら、"New Food Industry" Vol. 27, No. 11 (1985) P. 68 にアスコルビン酸について次のように記載されている。すなわち、「アスコルビン酸は以上述べたように油に対する溶解性の悪い点、熱分解を起こしやすい点、また、金属に対するキレート効果がほとんど期待できない点よりもみても、液体植物油等にフライ油の酸化防止には適さない。また、ある場合には酸化促進剤として作用する場合もあるので充分注意する必要がある」。

以上のようにアスコルビン酸を油脂に含有させることは難しいものと認識され、アスコルビン酸パルミテートとすることによって油溶性に改善され、油脂の抗酸化剤として使用されるようになった。従って、アスコルビン酸自体がフライ油の抗酸化剤として使用されることはない現在に至っている。

また、食品を炒める際、風味・食感の改善と共に焦げ付きを防止するため炒め用油脂を使用するが、サラダ油そのものでは離型性が十分でなく、レシチンだけが特異的に有効である。しかしながら、レシチンには特有の風味があり、加熱時にかかる風味が強くなり製品の風味に悪影響を与えるため、使用量が制限されてしまう。これを改善するためにレシチンを酵素処理したり、高純度にし

たり分画したりする等の提案がされているが、いずれもクルードレシチンに比べ大幅なコストアップとなる。

### 発明の開示

5 本発明の目的は、アスコルビン酸のように油脂難溶性の有機酸を簡易に油脂に含有させること及びフライ用油脂の加熱臭を改善し、フライ品の加熱劣化臭を改善したフライ用油脂、並びにレシチン臭を改善した炒め用油脂を提供することにある。

10 本発明者らは上記課題を解決するために、銳意研究を重ねた結果、アスコルビン酸、エリソルビン酸及びリンゴ酸の中から選ばれた少なくとも 1 種の有機酸を水溶液の状態で油脂中に添加し、高温・高減圧下に脱水処理することで、油脂中に含有させることに成功した。熱分解を

15 起こし易い点に関してはアスコルビン酸は水中では容易に酸化・熱分解されるが、意外にも非水系である油脂中では安定的に存在しうるという知見を得、油脂特に調理油の抗酸化剤として使用可能であるという確証を得た。従来の抗酸化剤では酸価・過酸化物価上昇を抑制するに

20 止まり油脂の加熱劣化臭の抑制に関しては、有効な抗酸化剤は存在しなかったが、本発明者らはアスコルビン酸、エリソルビン酸及びリンゴ酸の中から選ばれた少なくとも 1 種の有機酸を含有させた油脂は特異的に油脂の加熱劣化臭を抑制し得ることを見出した。また、アスコルビン酸を添加した油脂に、クルードレシチンを追加添加したもののは、当該クルードレシチン特有の風味が感じ難い

という知見を得、本発明を完成させた。

すなわち本発明は、アスコルビン酸、エリソルビン酸及びリンゴ酸の中から選ばれた少なくとも1種の有機酸を水溶液の状態で油脂中に添加し、50～180°C、0.5  
5 ～100 Torrの減圧条件下で、脱水処理することを特徴とする油脂の製造法、及び当該方法によって製造されたフライ用油脂、並びに当該油脂にさらにレシチンを添加する油脂の製造法、及び当該方法によって製造された炒め用油脂、である。

10

#### 発明を実施するための最良の形態

本発明で使用する有機酸は、アスコルビン酸、エリソルビン酸又はリンゴ酸が良く、これらの有機酸は食品や医薬品用として一般に用いられているもので良く単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いても良い。  
15 有機酸の添加量は、油脂中に2～28 ppm含まれるように添加するのが良く、有機酸が2 ppm未満では、期待する効果は得られない。また、有機酸の含有量を28 ppm超える量を油脂に添加させようとすると、有機酸の結晶が析出し油脂中に含有させることが難しくなる。

本発明で使用する油脂としては、大豆油、菜種油、コーン油、綿実油、落花生油、ひまわり油、こめ油、ベニバナ油、サフラワー油、オリーブ油、ゴマ油、パーム油、ヤシ油、パーム核油等の植物油脂並びに牛脂、豚脂等の動物脂、並びにこれらを分別、水素添加、エステル交換等を施した加工油脂の単品又は、これらの組み合わせで

も良いが、特に大豆油又は菜種油の場合に劣化臭の抑制効果が大きい。

本発明の有機酸を含有してなる油脂の製造法としては、例えば、アスコルビン酸を含有してなる油脂を得ようとすれば、70℃に加熱した油脂中に1%アスコルビン酸水溶液を規定量加え、50～180℃、0.5～100Torrの減圧条件下で攪拌しながら15分間～1時間処理して十分に脱水を行うことにより、アスコルビン酸を含有してなる油脂を得ることができる。アスコルビン酸水溶液の濃度は、0.1～22%で行うことができ、1～10%が好ましい。下限未満の場合は、油脂に対する水の量が多くなり効率の悪いものになってしまふ。上限を超えると、アスコルビン酸の結晶が析出して油脂への含有が難しくなる。温度は50～180℃で行うことができ、下限未満の場合は、脱水に要する時間が長くかかり効率の悪いものになってしまふ。また、上限を超えるとアスコルビン酸が分解してその効果が乏しくなる。減圧条件は0.5～100Torrの条件下で行うことができ、可及的に低い方が好ましい。

アスコルビン酸、エリソルビン酸又はリンゴ酸の中から選ばれた少なくとも1種の有機酸を含有してなる油脂の加熱臭の改善効果は、抽出トコフェロール、アスコルビン酸パルミテート、カテキン等の他の酸化防止剤と併用することによりより高められる。これらの酸化防止剤は単純に油脂に添加するだけで容易に油脂中に含有させることができる。即ち有機酸を2～28ppm及び抽出ト

コフェロール、アスコルビン酸パルミテート、カテキン、のうち少なくとも1種以上を10～2000 ppm含有させるのが良い。

本発明の製造法で得られた油脂は、用途としては高温下で酸素と接触する機会の高いフライ用に適している。有機酸が2～28 ppmの微量でフライ用油脂の加熱臭の改善効果及びフライ品の加熱劣化臭を改善できるのは、有機酸が油脂中に均一に溶解分散しておりその酸化防止効果の効率が高められているものと推察される。

また、以上の油脂、特にアスコルビン酸を添加した油脂にクルードレシチンを追加添加したものは、当該クルードレシチン特有の風味が感じ難いという効果を有するので、有機酸の添加による優れた酸化安定性に加え、焦げ付きがなく離型性に優れた炒め用油脂としての用途に適している。

レシチンは酵素処理、水素添加処理、分画処理等いずれの処理を施したレシチンであっても構わないが、特にクルードレシチンを使用するのが安価であるので有利である。これらのレシチンの添加量はリン脂質に換算して、油脂に対して0.05～5重量%、好ましくは0.2～3重量%添加するのが適当である。本発明においては、これらのレシチン以外に他の乳化剤を併用することができる。

## 25 実施例

以下に本発明の実施例を示し本発明をより詳細に説明

するが、本発明の精神は以下の実施例に限定されるものではない。なお、例中、%及び部は重量基準を意味する。以下において、アスコルビン酸定量法、フライテスト方法及び風味評価方法は次のように行った。

5 (アスコルビン酸定量法)

密閉可能な容器中に油脂を加え油脂と等量の5%メタリニ酸水溶液と油脂2倍量のヘキサンを加え、振とう攪拌を行う。静置後水相部の246nmの吸光度を測定する。別途既知量のアスコルビン酸水溶液により246nmの吸光度を測定し検量線を作製し濃度未知試料の定量に使用する。

(フライテスト方法)

フライ鍋に、フライ用油脂を2kg計量。油温を180±5°Cに保つ。冷凍コロッケを20分に1回1個4分揚げる。18時間連続してこの操作を繰り返し、18時間後のコロッケの風味評価を行った。

(風味評価方法)

風味パネラーに下記基準により各サンプル毎、評価してもらう。

20 5点：劣化臭を全く感じない

4点：劣化臭が抑制されており良好

3点：劣化臭が抑制されているが若干感じる

2点：劣化臭を強く感じる

1点：劣化臭を非常に強く感じる

25 各サンプル毎得点集計し風味パネラー人数nで割り平均点算出、平均点を下記基準により総合判定を行った。

◎ :  $4 < \text{平均点} \leq 5$ ,

○ :  $3 < \text{平均点} \leq 4$ ,

△ :  $2 < \text{平均点} \leq 3$ ,

× :  $\text{平均点} \leq 2$

5 以下実施例及び比較例において下記の抗酸化剤を使用した。

アスコルビン酸（和光純薬工業（株）製、商品名：L-アスコルビン酸、純度：99.5%）

10 エリソルビン酸（和光純薬工業（株）製、商品名：エリソルビン酸、純度：97.0%）

リンゴ酸（和光純薬工業（株）製、商品名：リンゴ酸、純度97.0%）

15 抽出トコフェロール（理研ビタミン（株）製、商品名：Eオイル805D、抽出トコフェロール70%、植物油脂30%）

アスコルビン酸パルミテート（理研ビタミン（株）製、商品名：EC-100、アスコルビン酸パルミテート10%、抽出トコフェロール10%、グリセリン脂肪酸エステル51%、食品素材29%）

20 カテキン（太陽化学（株）製、商品名：サンカトール、カテキン10%、抽出トコフェロール9%、グリセリン脂肪酸エステル64%、食品素材17%）

クルードレシチン（ツルレシチン工業（株）製、レシチンSLPベースト（リン脂質60%～65%））

25 高純度レシチン（ツルレシチン工業（株）製、レシチンSLPホワイト（リン脂質95%以上））

### 実施例 1

70 °Cに加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.2 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON No. 5 C 濾紙 (1  $\mu$ m 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。アスコルビン酸定量法により測定すると 10.4 ppm であった。この油脂のフライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 4.2 で風味は良好であった。

### 実施例 2

70 °Cに加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.03 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON No. 5 C 濾紙 (1  $\mu$ m 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。アスコルビン酸定量法により測定すると 2.9 ppm であった。この油脂のフライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 3.1 で風味は良好であった。

### 実施例 3

70 °Cに加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.1 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON No. 5 C 濾紙 (1  $\mu$ m 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。

アスコルビン酸定量法により測定すると 7.6 ppm であった。この油脂のフライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 3.4 で風味は良好であった。

#### 5 実施例 4

70 °C に加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.25 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON 0.5 C 濾紙 (1 μm 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。

アスコルビン酸定量法により測定すると 14.5 ppm であった。この油脂のフライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 4.3 で風味は良好であった。

15 実施例 1 ~ 実施例 4 のフライ用油脂の風味評価を表 1 に纏めた。

表 1

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
大豆油	100 部	100 部	100 部	100 部
アスコルビン酸	10.4 ppm	2.9 ppm	7.6 ppm	14.5 ppm
評価平均点	4.2	3.1	3.4	4.3
総合判定	◎	○	○	◎

### 比較例 1

大豆油 100 重量部のみで何も添加しないで、実施例 1 と同様なフライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 1.2 で風味は 5 劣化臭を非常に強く感じた。

### 比較例 2

大豆油 100 重量部に対し、抽出トコフェロール（理研ビタミン（株）製、商品名：E オイル 805D）を 0.1 重量部添加して抽出トコフェロール含有油脂を作製し、10 フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 1.3 で風味は劣化臭を非常に強く感じた。

### 比較例 3

大豆油 100 重量部に対し、アスコルビン酸パルミテート・抽出トコフェロール（理研ビタミン（株）製、商品名：EC-100）を 0.1 重量部添加してアスコルビン酸パルミテート・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 1.3 で風味は劣化臭を 20 非常に強く感じた。

### 比較例 4

大豆油 100 重量部に対し、カテキン・抽出トコフェロール（太陽化学（株）製、商品名：サンカトール）を 0.1 重量部添加してカテキン・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 1.5 で 25

風味は劣化臭を非常に強く感じた。

比較例 1 ~ 比較例 4 のフライ用油脂の風味評価を表 2 に纏めた。

表 2

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
大豆油	100 部	100 部	100 部	100 部
抽出トコフェロール	—	700 ppm	100 ppm	90 ppm
アスコルビン酸パルミ	—	—	100 ppm	—
テート	—	—	—	—
カテキン	—	—	—	100 ppm
評価平均点	1.2	1.3	1.3	1.5
総合判定	×	×	×	×

### 実施例 5

70 °C に加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.1 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかし後、TOYON No. 5 C 濾紙 (1 μm 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・抽出トコフェロール (理研ビタミン (株) 製、商品名: E オイル 805D) を 0.015 重量部添加してアスコルビン酸・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 3.6 で風味は良好であった。

## 実施例 6

70 °Cに加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.1 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の减压条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON 0.5 C 濾紙 (1 μm 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・抽出トコフェロール (理研ビタミン (株) 製、商品名: E オイル 805D) を 0.15 重量部添加してアスコルビン酸・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 4.7 で風味は良好であった。

## 実施例 7

70 °Cに加温した大豆油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.1 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の减压条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON 0.5 C 濾紙 (1 μm 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・アスコルビン酸パルミテート・抽出トコフェロール (理研ビタミン (株) 製、商品名: EC-100) を 0.015 重量部添加してアスコルビン酸・アスコルビン酸パルミテート・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 3.7 で風味は良好であった。

## 実施例 8

70°Cに加温した大豆油100重量部に対し1%アスコルビン酸水溶液を0.1重量部加えて混合し、70°C、40 Torrの减压条件下で、攪拌しながら20分間脱水処理を行った。しかる後、TOYONo.5C濾紙(1μm相当)にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・アスコルビン酸パルミテート・抽出トコフェロール(理研ビタミン(株)製、商品名:EC-100)を0.15重量部添加してアスコルビン酸・アスコルビン酸パルミテート・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は4.4で風味は良好であった。

## 実施例 9

70°Cに加温した大豆油100重量部に対し1%アスコルビン酸水溶液を0.1重量部加えて混合し、70°C、40 Torrの减压条件下で、攪拌しながら20分間脱水処理を行った。しかる後、TOYONo.5C濾紙(1μm相当)にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・カテキン・抽出トコフェロール(太陽化学(株)製、商品名:サンカトール)を0.015重量部添加してアスコルビン酸・カテキン・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は3.8で風味は良好であった。

## 実施例 10

70°Cに加温した大豆油 100 重量部に対し 1% アスコルビン酸水溶液を 0.1 重量部加えて混合し、70°C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYON No. 5 C 濾紙 (1 μm 相当) にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・カテキン・抽出トコフェロール (太陽化学 (株) 製、商品名: サンカトール) を 0.15 重量部添加してアスコルビン酸・カテキン・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 4.2 で風味は良好であった。

実施例 5 ~ 実施例 10 のフライ用油脂の風味評価を表 3 に纏めた。

表 3

	実施例 5	実施例 6	実施例 7
大豆油	100 部	100 部	100 部
アスコルビン酸	7.4 ppm	7.3 ppm	7.7 ppm
抽出トコフェロール	105 ppm	1050 ppm	15 ppm
アスコルビン酸パルミテート	—	—	15 ppm
カテキン	—	—	—
評価平均点	3.6	4.7	3.7
総合判定	○	◎	○

	実施例 8	実施例 9	実施例 10
大豆油	100 部	100 部	100 部
アスコルビン酸	7.4 ppm	7.5 ppm	7.6 ppm
抽出トコフェロール	150 ppm	14 ppm	135 ppm
アスコルビン酸パルミテート	150 ppm	—	—
カテキン	—	15 ppm	150 ppm
評価平均点	4.4	3.8	4.2
総合判定	◎	○	◎

## 実施例 1 1

70°Cに加温した大豆油100重量部に対し1%エリソルビン酸水溶液を0.2重量部加えて混合し、70°C、40 Torrの減圧条件下で、攪拌しながら20分間脱水処理を行った。しかる後、TOYONO.5C濾紙(1μm相当)にて濾過し、エリソルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにエリソルビン酸・抽出トコフェロール(理研ビタミン(株)製、商品名:Eオイル805D)を0.1重量部添加してエリソルビン酸・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は3.1で風味は良好であった。

## 実施例 1 2

70°Cに加温した大豆油100重量部に対し1%リンゴ酸水溶液を0.2重量部加えて混合し、70°C、40 Torrの減圧条件下で、攪拌しながら20分間脱水処理を行った。しかる後、TOYONO.5C濾紙(1μm相当)にて濾過し、リンゴ酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにリンゴ酸・抽出トコフェロール(理研ビタミン(株)製、商品名:Eオイル805D)を0.1重量部添加してリンゴ酸・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は3.2で風味は良好であった。

## 実施例 1 3

70°Cに加温した菜種油100重量部に対し1%アスコルビン酸水溶液を0.1重量部加えて混合し、70°C、

40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYONo. 5C 濾紙(1 μm 相当)にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・抽出トコフェロール(理研ビタミン(株) 製、商品名: E オイル 805D)を 0.015 重量部添加してアスコルビン酸・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 3.4 で風味は良好であった。

#### 10 実施例 14

70 °C に加温した菜種油 100 重量部に対し 1 % アスコルビン酸水溶液を 0.1 重量部加えて混合し、70 °C、40 Torr の減圧条件下で、攪拌しながら 20 分間脱水処理を行った。しかる後、TOYONo. 5C 濾紙(1 μm 相当)にて濾過し、アスコルビン酸含有油脂を得た。この油脂に、さらにアスコルビン酸・抽出トコフェロール(理研ビタミン(株) 製、商品名: E オイル 805D)を 0.15 重量部添加してアスコルビン酸・抽出トコフェロール含有油脂を作製し、フライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 4.7 で風味は良好であった。

#### 比較例 5

菜種油 100 重量部のみで何も添加しないで、実施例 1 1 と同様なフライテストを実施した。フライ品のコロッケの風味評価を行ったところ、評価平均点は 1.2 で風味は劣化臭を非常に強く感じた。

実施例11～実施例14及び比較例5のフライ用油脂の風味評価を表4に纏めた。

表4

	実施例11	実施例12	実施例13
大豆油	100 部	100 部	—
菜種油	—	—	100 部
アスコルビン酸	—	—	7.7 ppm
エリソルビン酸	10.4 ppm	—	—
リンゴ酸	—	13.3 ppm	—
抽出トコフェロール	700 ppm	700 ppm	105 ppm
評価平均点	3.2	3.3	3.4
総合判定	○	○	○

	実施例14	比較例5
大豆油	—	—
菜種油	100 部	100 部
アスコルビン酸	7.6 ppm	—
エリソルビン酸	—	—
リンゴ酸	—	—
抽出トコフェロール	1050 ppm	—
評価平均点	4.7	1.2
総合判定	◎	×

○炒め用油脂（実施例15～実施例17、比較例6～比較例9）

5 鉄製のフライパンにテスト油脂を5g入れて、電磁調理器で加熱し、40gの溶き卵を流し込み焦げ付かずに連続して何枚の薄焼き卵が焼けるかを比較した。同時に油脂加熱時の風味評価も行った。

テスト油脂の内容は表5に示したが、アスコルビン酸含有油脂は実施例1及び実施例2の方法で得た。アスコルビン酸の有無及びレシチン添加の有無を検討した。

10 風味評価：◎：レシチン臭なし、○：レシチン臭ほとんど感じない、△：レシチン臭を感じる、×：レシチン臭を強く感じる、

実施例15～実施例17、比較例6～比較例9の結果を表5に纏めた。

表 5

	実施例15	実施例16	実施例17
クルードレシチン	1部	3部	3部
高純度レシチン	0	0	0
A酸	10.4 ppm	10.4 ppm	2.9 ppm
レシチン臭	◎	◎	○
卵焼き枚数	28	61	58

	比較例 6	比較例 7	比較例 8	比較例 9
クルードレシチン	0	1部	0	3部
高純度レシチン	0	0	1部	0
A酸	0	0	0	0
レシチン臭	◎	×	△	×
卵焼き枚数	18	24	27	57

A酸：アスコルビン酸

以上の結果、レシチンの添加量を増やすと離型効果が向上するが、レシチン臭が強くなり風味が悪化する傾向にあった（比較例 6～9）。これに対し、アスコルビン酸を添加したものは、レシチンを添加しても風味が悪化することがなかった（実施例 15～17）。

○炒め用油脂（実施例18～実施例20、比較例10～  
比較例13）

実施例15～17及び比較例6～9にて使用したのと  
同様な油脂を使用して炒めテストを実施した。

5 鉄製のフライパンにテスト油脂を7.5 g入れて、電磁  
調理器で加熱し、炊飯米250 gを加えて3分間炒めた。  
米のほぐれ性評価：◎：極めて良好、○：良好、△：や  
や不良、×：不良

実施例18～実施例20、比較例10～比較例13の結  
10 果を表6に纏めた。

表 6

	実施例18	実施例19	実施例20
クールードレシチン	1部	3部	3部
高純度レシチン	0	0	0
A酸	10.4 ppm	10.4 ppm	2.9 ppm
レシチン臭	◎	◎	○
米のほぐれ	△	◎	◎
食感	ややべたつきあり	パリッとし て良好	パリッとし て良好

	比較例10	比較例11	比較例12	比較例13
クールードレシチン	0	1部	0	3部
高純度レシチン	0	0	1部	0
A酸	0	0	0	0
レシチン臭	◎	×	△	×
米のほぐれ	×	△	○	◎
食感	べたつく	ややべたつきあり	ややべたつきあり	パリッとし て良好

以上の結果、各比較例においては風味が悪いか炒め飯の  
25 食感が悪かったのに対し、各実施例においては風味も良  
好で食感も良好であった。

### 産業上の利用可能性

本発明により、フライ用油脂の加熱臭を改善し、フライ品の加熱劣化臭を改善するフライ用油脂、並びに焦げつきがなく離型性に優れた風味の良好な炒め用油脂を提供することができるようになった。

10

15

20

25

## 請求の範囲

1. アスコルビン酸、エリソルビン酸及びリンゴ酸の中から選ばれた少なくとも1種の有機酸を水溶液の状態で油脂中に添加し、50～180°C、0.5～100 Torrの減圧条件下で、脱水処理することを特徴とする油脂の製造法。  
5
2. 有機酸の添加量が、油脂中に2～28 ppm含まれるように添加する、請求項1記載の製造法。
- 10 3. さらに、抽出トコフェロール、アスコルビン酸パルミテート、カテキンの中から選ばれた1種又は二種以上を油脂中に10～2000 ppm含まれるように添加する、請求項1又は請求項2記載の製造法。
4. さらに、レシチンを添加する、請求項1乃至請求項  
15 3の何れか1項に記載の製造法。
5. アスコルビン酸とレシチンとを併用する、請求項4に記載の製造法。
6. 請求項1乃至請求項3の何れか1項に記載の製造法  
✓ で得られたフライ用油脂。
- 20 7. 請求項4又は請求項5に記載の製造法で得られた炒め用油脂。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04880

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C11B3/00, 5/00, A23D9/00, 9/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C11B3/00, 5/00, A23D9/00, 9/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CA (STN), CAOLD (STN), REGISTRY (STN), WPIDS (STN)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5364886 A (Nestec S.A.), 15 November, 1994 (15.11.94), Claims; Figs. 1 to 6 & EP 326829 A1 & JP 2-4899 A	1-7
Y	JP 10-330747 A (Q P Corporation), 15 December, 1998 (15.12.98), Claims; Par. No. [0009] (Family: none)	1-7
A	WO 00/06155 A1 (Sunsmart, Inc.), 10 February, 2000 (10.02.00), Claims & EP 1028723 A1 & US 6103267 A	1-7
A	JP 9-235584 A (NOF Corporation), 09 September, 1997 (09.09.97), Claims (Family: none)	1-7
A	JP 8-67874 A (Inahata Koryo K.K.), 12 March, 1996 (12.03.96), Claims (Family: none)	1-7

 Further documents are listed in the continuation of Box C.  See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 02 August, 2001 (02.08.01)	Date of mailing of the international search report 14 August, 2001 (14.08.01)
---	--

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04880

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-254378 A (NOF Corporation), 13 September, 1994 (13.09.94), Claims (Family: none)	1-7
A	JP 56-98297 A (Fuji Oil Company, Limited), 07 August, 1981 (07.08.81), Claims (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl' C11B 3/00, 5/00, A23D 9/00, 9/02

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl' C11B 3/00, 5/00, A23D 9/00, 9/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA (STN), CAOLD (STN), REGISTRY (STN), WPIDS (STN)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	US 5364886 A (Nestec S.A.) 15.11月.1994(15.11.94), 特許請求の範囲, 第1-6 図&EP 326829 A1&JP 2-4899 A	1-7
Y	JP 10-330747 A (キューピー株式会社) 15.12月.1998(15.12.98), 特許請求の範囲, 第【0009】段落(ファミーなし)	1-7
A	WO 00/06155 A1 (SUNSMART, INC.) 10.2月.2000(10.02.00), 特許請求の範囲&EP 1028723 A1&US 6103267 A	1-7

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「I」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)  
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02.08.01

国際調査報告の発送日

14.08.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

近藤 政克



4V

9734

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

## C (続き) 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名・及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 9-235584 A(日本油脂株式会社) 9.9月.1997(09.09.97), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-7
A	JP 8-67874 A(稻畑香料株式会社) 12.3月.1996(12.03.96), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-7
A	JP 6-254378 A(日本油脂株式会社) 13.9月.1994(13.09.94), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-7
A	JP 56-98297 A(不二製油株式会社) 7.8月.1981(07.08.81), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-7